

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-53443

(43)公開日 平成7年(1995)2月28日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

**C O 7 C 53/08**

51/44

51/48

識別記号

庁内整理番号

9356-4H

FI

### 技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数 2 OL (全 16 頁)

(21)出願番号 特願平6-158493

(22)出願日 平成6年(1994)7月11日

(31)優先權主張番号 08/090,765

(32)優先日 1993年7月12日

(33)優先權主張国 米国 (US)

(71)出願人 390040327

グリッツ・インコーポレイテッド

GLITSHC, INCORPORATE  
D

アメリカ合衆国テキサス州75212, ダラス,  
シングルトン・ブールバート・4900

(72)発明者 ロナルド・ジー・ギャリー

アメリカ合衆国テキサス州タラント・カウンティ、アーリントン、オーチャード・ヒル・4104

(74)代理人 弁理士 兼坂 眞 (外1名)

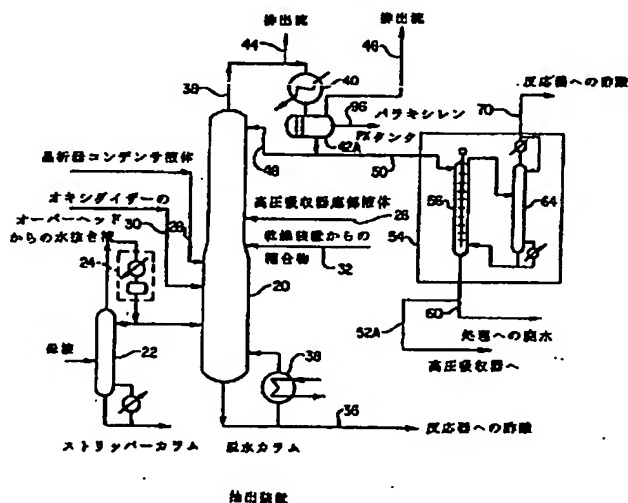
**最終頁に続く**

(54)【発明の名称】 水溶性流から酢酸を回収するための方法及び装置

(57) 【要約】

【目的】 テレフタル酸の製造で溶剤を回収するための大幅に改良された装置及び方法を提供すること。

【構成】 プラントから入力酢酸含有水流を受け、これに熱を適用して酢酸から水を分離し、水中で比較的濃縮された酢酸の出力底流と、水中で比較的希釈された酢酸の出力オーバーヘッド流とを生成する脱水装置と、出力オーバーヘッド流からの酢酸と水とを液化して出力オーバーヘッド縮合物を形成する縮合手段と、液液抽出装置とを含み、該装置は、出力オーバーヘッド縮合物を受け、それを液体抽出物と接触させて酢酸を抽出し、酢酸及び抽出物を含む第一接触器出力流と、水を含む第二接触器出力流とを形成する接触器と、第一接触器出力流を受けて、その中の酢酸と抽出物とを分離し、接触器へ再循環するための抽出物出力流と酢酸出力流とを生成する抽出装置分離器とを含む、酢酸－水分離装置。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 酢酸水溶液を使用するプラントにおいて使用するための酢酸-水分離装置であって、該装置は、

(a) 前記プラントから少くとも一つの入力酢酸含有水流を受理するために設けられた脱水装置であって、該装置は更に、該装置によって受理した前記入力流に熱を適用して、該装置内において酢酸から水を分離し、それにより水に溶解した比較的濃縮された酢酸の出力底流と、水に溶解した比較的希釈された酢酸の出力オーバーヘッド流とを生成するために設けられた脱水装置と、

(b) 前記出力オーバーヘッド流からの酢酸と水とを液化して出力オーバーヘッド縮合物を形成する縮合手段と、

(c) 液液抽出装置とを含み、該液液抽出装置は、

(i) 前記出力オーバーヘッド縮合物を受理して、それを液体抽出物と接触させ、前記縮合物から酢酸を抽出して、それにより酢酸及び抽出物を含有する第一の接触器出力流と、水を含有する第二の接触器出力流とを形成する接触器と、(ii) 前記第一の接触器出力流を受理して、その中の酢酸と抽出物とを分離し、前記接触器へ再循環させるための抽出物出力流と酢酸出力流とを製造する抽出装置分離器装置とを含む、酢酸-水分離装置。

【請求項2】 酢酸水溶液を使用するプラントにおいて使用するための酢酸と水とを分離するための方法であって、該方法は、(a) 前記プラントから少くとも一つの入力酢酸含有水流を脱水装置に供給し、該装置によって受理された前記入力流に熱を適用して、該装置内で水から酢酸を分離し、それにより水に溶解した比較的濃縮された酢酸の出力底流と、水に溶解した比較的希釈された酢酸の出力オーバーヘッド流とを生成する工程と、

(b) 前記出力オーバーヘッド流からの酢酸と水とを縮合して出力オーバーヘッド縮合物を形成する工程と、

(c) 前記出力オーバーヘッド縮合物を液液抽出装置に供給し、それを前記抽出装置の接触器中で液体抽出物と接触させて、前記縮合物から酢酸を抽出し、それにより酢酸と抽出物とを含有する第一の接触器出力流と、水を含有する第二の接触器出力流とを形成し、前記第一の接触器出力流を抽出装置分離器装置に供給し、その中の酢酸と抽出物とを分離して、前記接触器へ再循環するための抽出出力流と酢酸出力流とを生成する工程とを含む、酢酸と水とを分離するための方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、テレフタル酸の製造に使用される代表的な溶剤であり、他の重要な産業工程においても回収可能な廃棄物流である酢酸を回収するための新規な方法及び装置に関する。本方法及び装置は、エネルギー消費量を顕著に削減し、既存のプラントの能力を増進させ、現在ほとんどのテレフタル酸製造プラントに存在する有機物放出問題を排除する。

【0002】好ましい形式において、本発明は、酢酸の新規な抽出装置及び新規な吸収方法と共に、既存の酢酸蒸留装置の改変を提供する。

## 【0003】

【従来の技術】酢酸は、テレフタル酸製造の多くの工程において使用される回収可能な溶剤である。米国特許第4,769,487号、英国特許第1,583,755号、カナダ特許第1,113,957号、特公昭53-71034号、特公昭58-39812号、特公昭59-33579号、特公昭53-79836号、及び特公昭56-4587号参照。

【0004】かような工程において、酸化工程で更に使用するために回収する目的で、種々の濃度の酢酸の多くの流れを処理するための一つ以上の塔を使用し、酢酸回収のための一次ユニット操作として蒸留が広く使用されてきた。蒸留塔からの生成物は、底流の濃縮酢酸及び理想的には純水であるオーバーヘッド流である。

【0005】酢酸/水系の高い非理想的性質及びかような装置における平衡限界のために、蒸留水中に適度に低いレベルの酢酸を得ることのできるようにするためには、多数の理論的段階及び高還流比で蒸留塔を使用することが必要である。

【0006】これらは、必要な装置が大規模であるために高い資本コストを伴い、使用される蒸気の高消費量のために高い操作コストを伴う。更に慣用の処理工程では、酢酸をまったく含まない蒸留液を経済的に得ることはできない。この限界は順に二つの主な問題を呈する：酢酸損失による操作に関連するコスト、及び環境への許容可能な排出物質レベルに関する今までになく厳格な基準のために継続的に増加する環境的問題である。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】この問題を解決するために、代替案が模索されてきた。追加の成分を蒸留塔に添加して、分離比揮発度を改良し、分離要件を減少させることを含む共沸蒸留にその手段が求められてきた。この既存の選択肢は操作コストを幾分削減するが、追加の操作的及び環境的問題を生じる。

【0008】酢酸/水成分の気液平衡の研究により、蒸留水中の酢酸が減少している希釈酢酸領域における困難性が示される。0.5重量%酢酸オーバーヘッドの代表的設計値から0.1重量%酢酸オーバーヘッドへの削減の達成には、約10-15%の還流比の増加、又は同じ還流比を維持するためのいくつかの追加の理論的段階の包含が必要である。

## 【0009】希釈流中の酢酸抽出

ここ数年、希釈流から酢酸を回収するための方法として液液抽出が知られている。いくつかの抽出剤が特定され、0.1重量%酢酸から20%重量%酢酸を含む流れから酢酸を経済的に回収することが可能である。通常使用される薬品のいくつかとして、酢酸塩、アミン、ケト

ン、フォスフィン酸化物、及びこれらの混合物が挙げられる。

【0010】抽出工程が完了すると、酸を回収し、抽出剤を抽出工程へ再循環させるために、一連の蒸留工程が必要となる。原料中の不純物のレベル、及び特定の抽出剤の水に対する親和性により、装置で必要とされる追加の工程が決まる。

#### 【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は、互いに独立しては本発明に見られる主な利点を生じないが、これらのアプローチを本装置において共に活用すると、前記の利点を有する新規な処理工程を提供する既知のユニット操作技術の特定の適用、及び近年開発された酢酸抽出剤の慎重な選択に基づく。

【0012】必要とされるエネルギーの顕著な削減（還流比によって測定）は、依然として0.1重量%酢酸から0.5重量%酢酸である酢酸回収物における酢酸オーバーヘッド組成の明細を緩めることにより得ることができる。オーバーヘッド酢酸組成要件を0.5重量%酢酸から10重量%酢酸にさらに緩めることにより、エネルギー消費量を40-50%削減することができる。

【0013】本発明によれば、オーバーヘッド流中においてより高濃度の酢酸が許容される。よって還流比は減少し、代表的な酢酸脱水塔の内部充填が減少し、能力の顕著な増加を示す。更に本発明によれば、オーバーヘッド中の追加の酸を取り扱う新規な装置が提供される。本発明の好ましい形式において、脱水塔のオーバーヘッド流を取り扱うために抽出ユニットを設ける。

【0014】抽出ユニットはオーバーヘッド流中の2%から20%の酢酸を取り扱うことができ、既知のいかなる溶剤（酢酸エチル、他の酢酸塩、第一アミン、第二アミン、第三アミン、MEK、MIBK、他のケトン、フォスフィン酸化物）を使用してもよい。好ましい溶剤はCytek(前American Cyanamid)によって商品名Cyanexとして商品化されているフォスフィン酸化物又はアミンである。酢酸脱水カラムの操作要件は急激に変化しているので、プラントの代表的なフローシートを変更することも可能である。本発明の装置では、これまで脱水カラムに送られていた希釈酸流（0.5重量%-4.0重量%）を、抽出装置に直接供給してもよい。これは、これらの流れ中の水を蒸発させる必要がなく、脱水カラムに追加的な能力の増加をもたらすため、溶剤回収装置全体のエネルギーを大幅に節約する。

【0015】限りある脱水カラムの能力を増加させるために、代表的には新たなカラムが必要である。300,000MTYのプラントでは、能力を30%増加させるための新しいカラムへの投資は600万から800万ドルにもなる。本発明の装置は、この値の約半分で建設す

ることができ、能力の増加だけでなく、大気中への排出物質の削減をも達成することができる。

【0016】本発明の工程の別の主な特徴は、回収装置中に新規な高圧及び低圧吸収装置を含むことである。代表的なテレフタル酸製造プラントの現存する設計においては、脱水装置にN<sub>2</sub>が導入される。これにより酢酸を同伴する縮合不可能な物質の流れが創生され、酢酸の一部は結局大気へと搬送される。更に代表的な設計では、オーバーヘッド蒸気ラインに継続的に有機物を大気へと送る排出流を有する。

【0017】本発明において、これらの有機物放出の改良及び削減のための二つの方法が提供される。好ましい装置は、未だ縮合されていない酸を除去するための新規な低圧吸収装置と共に、より多くの有機物を縮合させるために、脱水カラム中での自然縮合能力を使用するものである。新規な低圧吸収装置は、プラントからの全ての低圧排出流、主にオーバーヘッド蒸気ライン及びオーバーヘッドコンデンサ排出流ラインからの排出流を取り扱うことができる。吸収液は、冷水、希釈酢酸（これまで脱水に送られていた流れから）、又は好ましくはフォスフィン酸化物溶剤（Cyanex）であってもよい。冷水又は希釈酢酸を使用する場合には、低圧吸収器からの底流は新たな抽出ユニットへと送られてもよい。フォスフィン酸化物を使用する場合には、流れは抽出装置の回収塔へと送られる。

【0018】現在代表的な製造プラント設計において、オキシダイザーオーバーヘッドから有機物を回収するために二つの高圧吸収器が使用されている。第一のものは、酢酸を使用して主にp-キシレン及び酢酸メチルを回収し、第二のものは、脱水カラムのオーバーヘッドからの水を使用して残りの酢酸を回収する。本発明の工程において、双方の高圧吸収器を所望により一つに結合してもよく、又は第二の吸収器を吸収溶剤としてフォスフィン酸化物を使用するように変更してもよい。この変更により、プラント内における高圧吸収器から脱水塔そして又高圧吸収器へと戻る水の再循環流を排除することができる。これによりエネルギー効率及び回収装置の能力の改良が得られるという利点がある。一つの吸収器から第二の吸収器へのフォスフィン酸化物流によって、吸収を改良することによりオキシダイザーオーバーヘッドからの排出物質が削減される。

【0019】高圧吸収器の改変と新たな低圧吸収装置との組合せは、テレフタル酸製造プラントにおいて、大気への排出物質レベルを環境庁による要求値よりも低い値まで経済的に削減する助けとなる。

【0020】本発明が代表的な製造プラントに大きな利益をもたらす別の領域は、水を取り扱う領域である。現在最も代表的に排出されて中和される水流は、酢酸値が0.2重量%から1重量%である脱水カラムのオーバーヘッドである。これはプラントの中和/生物学的処理区

域にとって重く好ましくない負荷である。本発明の装置は、プラントの要求に応じて、水中レベルの酢酸を重量比で約 100 ppm から 500 ppm に顕著に削減する（溶剤の見込み含有量は重量比で約 10 ppm から 200 ppm である。）。かような濃度の水は、活性炭によって適切な処理をした後、プラントにおいて冷却水又はプロセスウォーターとして使用することができる。酢酸含有量が低い場合のこの水の別の主要な使用法としては、テレフタル酸の結晶化のための溶剤としての使用がある。これにより、大半のプラント需要において、テレフタル酸製造の酸化工程において生成される水を使用することによって、プラントにおいて水の使用量が顕著に削減される。

【0021】一般に、既知の技術の特定使用による処理において本発明の全ての特徴を含むことにより、テレフタル酸の製造において溶剤を回収するための大幅に改良された方法が達成される。この新規な方法により、増加した能力、エネルギー消費量の削減、並びに大気及び処理プラントへの有機物放出の大幅削減という利益が得られる。

【0022】本発明の好ましい実施態様によれば、酢酸水溶液を使用するプラントにおいて使用するための酢酸-水分離装置が提供され、この装置は、好ましくは、且つ通常はカラムである脱水装置を含み、該カラムは、プラントから少くとも一つの入力酢酸含有水流を受理し、カラムによって受理されたこの入力流に熱を適用してカラム中で水から酢酸を分離し、それにより水に溶解した比較的濃縮された酢酸の出力底流と、水に溶解した比較的希釈された酢酸の出力オーバーヘッド流とを生成する。縮合手段もまた含まれ、この手段は出力オーバーヘッド流からの酢酸及び水を液化し、出力オーバーヘッド縮合物を形成する。この装置には更に接触器を有する液液抽出装置が設けられ、この接触器は、出力オーバーヘッド縮合物を受理し、それを液体抽出物と接触させて縮合物から酢酸を抽出し、それにより酢酸と抽出物を含有する第一の接触器出力流と、水を含有する第二の接触器出力流とを形成する。前記液液抽出装置はまた抽出装置分離器カラムを有し、このカラムは第一の接触器出力流を受理して、その中の酢酸と抽出物とを分離して、接触器と酢酸出力流とへ再循環するための抽出物出力流とを生成するように設けられる。

【0023】上述の酢酸-水分離装置が、酢酸より高い沸点を有する液体抽出物を利用する場合には、抽出装置分離器カラムからの酢酸出力流は該カラムからのオーバーヘッド流であり、一方酢酸より低い沸点を有する液体抽出物を利用する場合には、抽出装置分離器カラムからの酢酸出力流は該カラムからの底流である。

【0024】上述の酢酸-水分離装置は、少くとも一つの追加の比較的希釈された酢酸流、並びに脱水カラムからの出力オーバーヘッド縮合物流を、プラントから液液

抽出装置へ供給するための手段を含んでもよく、この流れはプラントの高圧吸収器からの底流、若しくは乾燥装置からの縮合物流であってもよい。

【0025】上述の酢酸-水分離装置はまた低圧吸収ユニットを含んでもよく、該ユニットは、吸収溶剤を酢酸-水分離装置からの少くとも一つの酢酸含有蒸気流と接触させるように適合され、更に吸収溶剤を蒸気流と接触させた後に液液抽出装置へ供給するように適合される。酢酸含有蒸気流は脱水カラムからの出力オーバーヘッド流の少くとも一部、又は脱水カラムからの出力オーバーヘッド流を処理するように適合された出力オーバーヘッド縮合器からの排出流の一部であってもよく、又はプラント中の酢酸-水分離装置以外の点からの酢酸含有蒸気流であってもよい。更に、上述の酢酸-水分離装置は、脱水カラムからの出力オーバーヘッド流と共に、プラントからの少くとも一つの追加の比較的希釈された酢酸流を液液抽出装置へと供給するための手段を含んでもよい。追加の比較的希釈された酢酸流は、プラント中の高圧吸収器からの底流、又は乾燥装置からの縮合物流であってもよい。先に上述された酢酸-水分離装置は更に、高圧の吸収液を、酢酸を含有するプラントオーバーヘッド蒸気流に接触させるように設けられた高圧吸収装置と、吸収液をプラントオーバーヘッド蒸気流と接触させた後に分離装置へと処理のために搬送するための手段とを含んでもよい。搬送装置は吸収液を脱水カラムへ搬送するように接続されていてもよく、吸収液を液液抽出装置の接触器へと搬送するように接続されていてもよい。また搬送手段は、吸収液を液液抽出装置の抽出装置分離器カラムへ搬送するように接続されてもよい。

【0026】以下に本発明の構成を列挙する。

【0027】1. 酢酸水溶液を使用するプラントにおいて使用するための酢酸-水分離装置であって、該装置は、

(a) 前記プラントから少くとも一つの入力酢酸含有水流を受理するために設けられた脱水装置であって、該装置は更に、該装置によって受理した前記入力流に熱を適用して、該装置内において酢酸から水を分離し、それにより水に溶解した比較的濃縮された酢酸の出力底流と、水に溶解した比較的希釈された酢酸の出力オーバーヘッド流とを生成するために設けられた脱水装置と、

(b) 前記出力オーバーヘッド流からの酢酸と水とを液化して出力オーバーヘッド縮合物を形成する縮合手段と、

(c) 液液抽出装置とを含み、該液液抽出装置は、

(i) 前記出力オーバーヘッド縮合物を受理して、それを液体抽出物と接触させ、前記縮合物から酢酸を抽出して、それにより酢酸及び抽出物を含有する第一の接触器出力流と、水を含有する第二の接触器出力流とを形成する接触器と、(ii) 前記第一の接触器出力流を受理して、その中の酢酸と抽出物とを分離し、前記接触器へ再

循環させるための抽出物出力流と酢酸出力流とを製造する抽出装置分離器装置とを含む、酢酸-水分離装置。

【0028】2. 前記液体抽出物が酢酸よりも高い温度で沸騰し、前記抽出装置分離器装置からの前記酢酸出力流が該抽出装置分離器装置からのオーバーヘッド流である、上記1に記載の酢酸-水分離装置。

【0029】3. 前記液体抽出物が酢酸よりも低い温度で沸騰し、前記抽出装置分離器装置からの前記酢酸出力流が該抽出装置分離器装置からの底流である、上記1に記載の酢酸-水分離装置。

【0030】4. 前記脱水装置からの前記出力オーバーヘッド縮合物流と共に、少なくとも一つの追加の比較的希釈された酢酸流を、前記プラントから前記液液抽出装置へと供給するための手段を含む、上記1に記載の酢酸-水分離装置。

【0031】5. 前記追加の比較的希釈された酢酸流が、前記プラント中の高圧吸収器からの底流である、上記4に記載の酢酸-水分離装置。

【0032】6. 前記追加の比較的希釈された酢酸流が乾燥装置からの縮合物流である、上記4に記載の酢酸-水分離装置。

【0033】7. 吸収剤を、前記酢酸-水分離装置からの少なくとも一つの酢酸含有蒸気流に接触させるように適合され、更に吸収剤を前記蒸気流と接触させた後に前記液液抽出装置へと供給するように適合された低圧吸収ユニットを更に含む、上記1に記載の酢酸-水分離装置。

【0034】8. 前記酢酸含有蒸気流が、前記脱水装置からの出力オーバーヘッド流の少なくとも一部である、上記7に記載の酢酸-水分離装置。

【0035】9. 前記酢酸含有蒸気流が、前記脱水装置からの出力オーバーヘッド流を処理するように適合された出力オーバーヘッドコンデンサからの排出流の少なくとも一部である、上記7に記載の酢酸-水分離装置。

【0036】10. 前記プラント内の前記酢酸-水分離装置以外の点から、少なくとも一つの酢酸含有蒸気流を搬送するための手段を更に含む、上記7に記載の酢酸-水分離装置。

【0037】11. 前記脱水装置からの前記出力オーバーヘッド流と共に、少なくとも一つの追加の比較的希釈された酢酸流を前記プラントから前記液液抽出装置へと供給するための手段を含む、上記7に記載の酢酸-水分離装置。

【0038】12. 前記追加の比較的希釈された酢酸流が、前記プラント内の高圧吸収器からの底流である、上記11に記載の酢酸-水分離装置。

【0039】13. 前記追加の比較的希釈された酢酸流が、乾燥装置からの縮合物流である、上記11に記載の酢酸-水分離装置。

【0040】14. 吸収剤を、酢酸を含有するプラント

オーバーヘッド蒸気流と高圧で接触させるように設けられた高圧吸収装置と、前記吸収液剤を前記プラントオーバーヘッド蒸気流と接触させた後に、処理のために前記分離器装置へ搬送するための手段とを更に含む、上記1に記載の酢酸-水分離装置。

【0041】15. 高圧の前記吸収液剤が、前記液液抽出装置接触器からの大半が水である流れである、上記14に記載の酢酸-水分離装置。

【0042】16. 前記搬送手段が、前記吸収液剤を搬送するために前記脱水装置に接続される、上記14に記載の酢酸-水分離装置。

【0043】17. 前記搬送手段が、前記吸収液剤を搬送するために前記液液抽出装置の接触器に接続される、上記14に記載の酢酸-水分離装置。

【0044】18. 前記搬送手段が、前記吸収液剤を搬送するために前記液液抽出装置の抽出装置分離器装置に接続される、上記14に記載の酢酸-水分離装置。

【0045】19. 酢酸水溶液を使用するプラントにおいて使用するための酢酸と水とを分離するための方法であって、該方法は、(a) 前記プラントから少なくとも一つの入力酢酸含有水流を脱水装置に供給し、該装置によって受理された前記入力流に熱を適用して、該装置内で水から酢酸を分離し、それにより水に溶解した比較的濃縮された酢酸の出力底流と、水に溶解した比較的希釈された酢酸の出力オーバーヘッド流とを生成する工程と、

(b) 前記出力オーバーヘッド流からの酢酸と水とを縮合して出力オーバーヘッド縮合物を形成する工程と、

(c) 前記出力オーバーヘッド縮合物を液液抽出装置に供給し、それを前記抽出装置の接触器中で液体抽出物と接触させて、前記縮合物から酢酸を抽出し、それにより酢酸と抽出物とを含有する第一の接触器出力流と、水を含む第二の接触器出力流とを形成し、前記第一の接触器出力流を抽出装置分離器装置に供給し、その中の酢酸と抽出物とを分離して、前記接触器へ再循環するための抽出出力流と酢酸出力流とを生成する工程とを含む、酢酸と水とを分離するための方法。

【0046】20. 前記液体抽出物が酢酸よりも高い温度で沸騰し、前記抽出装置分離器装置からの前記酢酸出力流が該装置からのオーバーヘッド流である、上記19に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0047】21. 前記液体抽出物が酢酸よりも低い温度で沸騰し、前記抽出装置分離器装置からの前記酢酸出力流が該装置からの底流である、上記19に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0048】22. 前記脱水装置からの前記出力オーバーヘッド流と共に、前記プラントからの少なくとも一つの追加の比較的希釈された酢酸流を、前記液液抽出装置に供給する工程を更に含む、上記19に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0049】23. 前記追加の比較的希釈された酢酸流



が、前記プラント中の高圧吸収器からの底流である、上記 22 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0050】24. 前記追加の比較的希釈された酢酸流が乾燥装置からの縮合物流である、上記 22 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0051】25. 低圧吸収ユニットにおいて吸収溶剤を少くとも一つの酢酸含有蒸気流と接触させ、吸収溶剤を前記蒸気流に接触させた後に前記液液抽出装置へと供給する工程を更に含む、上記 19 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0052】26. 前記酢酸含有蒸気流が、前記脱水装置からの出力オーバーヘッド流の少くとも一部である、上記 25 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0053】27. 前記酢酸含有蒸気流が、前記脱水装置からの出力オーバーヘッド流を処理するように適合された出力オーバーヘッドコンデンサからの排出流の少くとも一部である、上記 25 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0054】28. プラント中の酢酸-水分離装置以外の点から少くとも一つの酢酸含有蒸気流を搬送する工程を更に含む、上記 25 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0055】29. 前記脱水装置からの前記出力オーバーヘッド流と共に、前記プラントからの少くとも一つの比較的希釈された酢酸流を、前記液液抽出装置へ供給する工程を含む、上記 25 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0056】30. 前記追加の比較的希釈された酢酸流が、前記プラント中の高圧吸収器からの底流である、上記 29 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0057】31. 前記追加の比較的希釈された酢酸流が乾燥装置からの縮合物流である、上記 29 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0058】32. 高圧で吸収液剤を酢酸を含有するプラントオーバーヘッド蒸気流と接触させて、前記吸収液剤を前記プラントオーバーヘッド蒸気流と接触させた後に、処理するために分離器装置へ搬送する工程を更に含む、上記 19 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0059】33. 高圧の前記吸収液剤が前記液液抽出装置接触器からの大半が水である流れである、上記 32 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0060】34. 前記吸収液剤が前記脱水装置へ搬送される、上記 32 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0061】35. 前記吸収液剤が前記液液抽出装置の接触器へ搬送される、上記 32 に記載の酢酸と水とを分離するための方法。

【0062】36. 前記吸収液剤が前記液液抽出装置の抽出装置分離器装置へ搬送される、上記 32 に記載の酢酸

と水とを分離するための方法。

【0063】

【実施例】図 1 は、代表的な先行技術の酢酸回収装置の流れ図を示す。回収装置の一次ユニットは脱水カラム 20 である。カラム 20 はいくつかの源から入力を受理するが、その一つはストリッパカラム 22 からのオーバーヘッドであり、これには順にプラントからの母液が供給される。ストリッパカラム 22 からの底流は酢酸に富んでおり、再使用のためにプラントへ返却される。ストリッパカラム 22 はコンデンサー装置 24 を任意に有する。

【0064】脱水カラム 20 への他の原料入力流には、プラント中の高圧吸収器からの底部液体を搬送するライン 26 と、晶析器からの液体を搬送するライン 28 と、代表的なテレフタル酸合成プラントに見られる、酸化ユニットを出たオーバーヘッド流からの水抜き液を搬送するライン 30 とが含まれる。ライン 32 もまた、プラント中の乾燥装置からの縮合物を脱水カラム 20 に搬送する。脱水カラム 20 は構造化パッキング又はランダムパッキングでバックしてもよく、若しくは種々のスタイルのトレーを設けてもよい。リボイラー 34 を通して脱水カラム 20 に熱が供給され、カラムから出る底流は酢酸に富み、この酢酸は再使用のためにライン 36 を通してプラントへ返却される。

【0065】脱水カラム 20 からのオーバーヘッドライン 38 は、コンデンサ 40 及び分離ドラム 42 へと通じる。オーバーヘッドライン 38 には排出流 44 を設けてもよい。分離ドラム 42 は排出流 46 を含んでもよい。ドラム 42 からの底流は還流ライン 48 とオーバーヘッド製品ライン 50 とに分割され、この製品は主に廃水処理装置へと搬送される水である。ライン 50 は、水流の一部又は全てを、ライン 48 中の還流のように返却せずに、さらに酢酸を回収するために高圧吸収器に搬送する分枝を有してもよい。高圧吸収器へのラインはライン 52 である。

【0066】ここで、本発明に従って使用される抽出装置を示す図 2 A 及び図 2 B に着目する。図 2 A の抽出装置は、「ヘビーボイラー」つまり酢酸の沸点より高い温度で沸騰する溶剤である抽出溶剤と共に使用するために設計及び適合される。この抽出装置は一般に 54 A で示される。図 2 B の抽出装置は、「ライトボイラー」つまり酢酸の沸点より低い温度で沸騰する溶剤である抽出溶剤を使用するように設計及び装備される。図 2 A において、抽出器は 56 で示され、その頂部付近のライン 58 を通して希釈酢酸を受理する。底部ライン 60 は廃水を廃水処理プラントへ、又は再使用のためにテレフタル酸プラントへ戻して、搬送する。液液接触器 56 からのオーバーヘッド流は、ライン 62 を通して分離器塔 64 へと搬送される。分離塔 64 を出る頂部流は、ライン 66 によってコンデンサ 68 中を、そして再使用のためにラ

イン 70 によってプラントへ戻される。この流れは比較的高濃度の酢酸である。所望であれば、還流をライン 72 を通して設けてもよい。分離器塔 64 を出る底流は、ライン 74 を通って液液接触装置 56 へと戻って搬送される。底部流の一部はリボイラー 76 中を搬送されてライン 78 を通って分離器塔の底部付近に返却されてもよい。改良された操作のために、流れ 62 と 74 との間で熱を交換するために熱交換器を使用してもよい。

【0067】図 2B において、液液抽出カラムが 80 で示される。これはライン 82 を通して希釈酢酸原料を受 10 理する。比較的純粋な水である底流はライン 84 を通して抽出器を出て、廃水用処理装置に搬送されるか、若しくは再使用のためにテレフタル酸プラントへ返却される。酢酸が溶解している抽出溶剤から主になる頂部流は、ライン 86 を通って液液抽出器 80 の頂部を出て、該ライン 86 はこれを分離器カラム 88 へと搬送する。分離器カラム 88 を出るオーバーヘッドラインは 90 で示され、この流れは比較的純粋な抽出溶剤である。コン 20 デンサ 92 が好ましくはライン 90 中に設けられ、このライン 90 は、抽出溶剤を抽出カラム 80 の底部付近の点に搬送する。分離器カラム 88 において、底流は比較的濃縮された酢酸であり、これはライン 92 を通って出る。リボイラー 94 が、この流れの一部を加熱し、分離カラム 88 の底部付近に返却してもよい。底流 92 中の酢酸の大部分は、再使用のためにテレフタル酸プラントへ返却される。

【0068】図 3 は本発明の好ましい実施態様を示す。図 3 並びに本発明の他の好ましい実施態様を示す図 4 及び図 6-10 において、図 1 に示される装置部品及びラ 30 インと実質的に同一である装置部品及びラインには同一の参照番号が付されている。類似しているが構造又は機能によってある面で異なっているライン及び装置が示される場合には、番号指定子に加えて「A」「B」等の文字指定子が使用されていることがある。図 3 の実施態様において、一次脱水工程のために単一の蒸留カラムが示される。当業者は、溶剤から酸及び同伴される水を分離するために、一つ以上のかようなカラムを単独又は段階的に使用してもよいこと、及び他の種類の分離装置を含んでもよいことを理解するだろう。

【0069】図 3 において、酢酸回収装置は、図 1 の先 40 行技術ユニットに設けられる装置の実質的に全てを含み、更に 54 で示される抽出装置を含む。抽出装置は、特定のプラントにおける使用のために選択される抽出溶剤の特性によって、図 2A の抽出装置 54A と同様のものでも、図 2B の抽出装置 54B と同様のものであってもよい。抽出装置 54 は、ライン 50 を通して液液抽出器への入力を受理するように構成及び配置されている。図 3 (及び後続の図面) に示される抽出ユニット 54 は、ヘビーボイリング抽出溶剤と共に使用するように設計されたものであり、よって図 2A に示される抽出装置 50

と同様である。そのため、この抽出器ユニットは 56 で示され、分離器は 64 で示される。液液抽出器 56 から出る底流は、廃水処理に搬送され、又は所望であれば再使用のためにテレフタル酸プラントへと返却される、廃水流 60 である。更にこの実施態様及び本発明の後続の実施態様に従って、抽出器 56 からの廃水は、ライン 52A を通して高圧吸収器へと再使用のために搬送されてもよい。ライン 70 を通って分離器 64 を出るオーバーヘッド流は、比較的濃縮された酢酸であり、これは再使用のために酸プラントの反応器へと返却される。脱水カラム 20 からのオーバーヘッド流中の分離ドラム 42A は、ドラムを出るオーバーヘッド流及び底流の両方からパラキシレンを分離するためにコアレスシング装置を含んでもよく、その場合、パラキシレン蓄積タンクにつながるパラキシレン引き出しライン 96 を設ける。

【0070】図 1 の先行技術のプラントと、図 3 に示される本発明の酢酸回収装置とを比較すると、最も違う点は本発明のユニットには抽出装置 54 が設けてあること 20 であることがわかる。この違いは、単純なように見えるが、脱水カラムからのオーバーヘッド流において高濃度の酢酸が許容され、よって脱水カラムオーバーヘッド流中の酢酸が抽出装置 54 においてずっと低いエネルギーコストで結局実質的に全て回収されるため、全体的な酢酸回収レベルを犠牲にすることなく、カラムのエネルギー需要を削減するので、物質的な利点を提供する。

【0071】次に本発明の別の実施態様を示す図 4 に着目する。図 4 の装置にも、脱水カラムから搬送されたオーバーヘッド縮合物を処理するために、抽出装置 54 が設けられる。この実施態様は、図 3 の場合はライン 26 を通して脱水カラムに搬送されるのに対し、図 4 においては高圧吸収器底部液体がライン 26A を通して抽出装置へ直接搬送される点で図 3 の実施態様と異なる。更に、テレフタル酸プラント中の乾燥装置からの縮合物が、図 3 の場合はライン 32 を通して脱水カラム 20 に供給されるが、ライン 32A を通して抽出装置 54 へと搬送される。。

【0072】この改変もまた、高圧吸収器底部液体及びプラント乾燥装置からの縮合物のどちらもかなりの濃度の水を含み、この水は図 3 の実施態様においては脱水カラムにおいて蒸発されていたため、改良を示す。抽出装置 54 においてこれらの流れは液液抽出カラム 56 へ直接供給されるため、図 4 の実施態様においてはこのエネルギーが集中する工程を回避している。

【0073】図 5 は、本発明に関して有用である低圧吸収器ユニットのための流れ図である。図 5 の低圧吸収ユニットは 98 で一般的に示され、吸収塔 100 を含み、この塔への入力はいくつかの源から引いてもよい。これらは脱水カラムからのオーバーヘッドライン排出流 44 と、コンデンサドラム 42 又は 42A からの 46 で示される排出流ラインと、プラントからの 102 で示される

他の排出流を含んでもよい。これらのいくつか又は全ては、ライン106を通して吸収カラム100へ搬送される前に、任意のコンデンサ装置104を通して供給されてもよい。吸収溶剤はライン108を通して吸収カラムに供給され、酢酸に富むようになった吸収溶剤は底流110として出て、図2A及び図2Bに示されるような種類の抽出ユニットへ搬送される。

【0074】これらの装置は図6の装置全体の流れ図のコンテキストにおいて図示されており、図6においては低圧吸収装置が98で示されており、吸収カラムが100で示されている。図面からわかるように、底部ライン110は比較的酢酸に富んだ流れを液液接触装置54へ、特にその抽出カラム56へと搬送する。図6に示される実施態様は、高圧吸収器底部流がライン26を通して脱水カラム20へと供給され、プラント乾燥装置からの縮合物がライン32を通して同じ脱水カラムへと供給される点で、図3のものと同様である。

【0075】図7は、抽出装置54及び低圧吸収装置98の両方を使用する点で図6に非常によく似ている、本発明の実施態様の流れ図を示す。しかしながらこの実施態様は、高圧吸収器底部流がライン26Aを通して直接抽出装置へと供給され、プラント内の乾燥装置からの縮合物がライン32Aを通して抽出装置54へと供給され、よってこれらの流れ中に含有される水を脱水カラム20において蒸発させる必要がなくなるという点で、図6のものとは異なる。

【0076】図8、図9、及び図10については一緒に考えることができる。各々の図面は、脱水カラムのオーバーヘッドからの縮合物を処理する54で示される抽出装置を備えた本発明の実施態様を示す。各実施態様にはまた、図1の先行技術の装置においては大気中に排出されていた流れを入力として使用する低圧吸収装置98が設けられ、該低圧吸収装置は、全て本発明に従ってその底部ライン110から抽出装置54へ追加の流れを提供する。

【0077】図8、図9、及び図10において、テレフタル酸プラントのオキシダイザーが112で破断的に示される。オキシダイザーからのオーバーヘッド流はコンデンサ114中を通過して分離器ドラム116に入る。ドラム116からの水抜き液は、底部流30として脱水カラム20へ通過する。分離ドラムからのオーバーヘッドは、ライン118を通して高圧吸収カラム120を通過する。図8及び図9の場合には、高圧吸収装置のための溶剤は、大半が水である抽出器56からの底流からライン52A中を搬送される。図8の場合、高圧吸収器からの底流は、ライン122を通して脱水カラム20へと通過する。図9の場合、底部ライン122Aを通して抽出装置54へと通過する。図10の場合も、同一の装置が使用され、底流はライン122を通して直接抽出装置54へ通過する。

【0078】図9と図10とは、図9ではライン52Aを通る脱水器オーバーヘッドからの縮合物に頼っているが、図10ではフォスフィン又は他の選択された抽出溶剤又は吸収溶剤がライン124を通して高圧吸収器に入力されるという点で互いに異なる。

【0079】前述のことより、本発明の酢酸回収装置の回収装置及びラインの配置にはかなりの融通性があることがわかる。かような融通性を利用するためのガイド原則は、先行技術において許容可能であったよりもより高い濃度の酢酸の存在を、脱水カラムオーバーヘッドにおいて許容するために、液液抽出装置を使用することである。これはかような液液抽出装置は低エネルギーコストで酢酸を回収するからである。本発明に従って提供される低圧吸収装置により、酢酸及び他の有機系揮発性物質の損失を伴って大気中へ排出され、多くの設備において好ましくない大気汚染を引き起こしている蒸気流を捕獲することができる。本発明はまた、テレフタル酸プラントのオキシダイザーオーバーヘッドを、必ずしも必要ではないが脱水カラムに供給することができるが、また新たに設けられた抽出装置に供給することもできるため、テレフタル酸プラントのオキシダイザーオーバーヘッドと関連して、高圧吸収装置からの底流の取扱に追加の融通性を提供する。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は先行技術に代表的に見られる酢酸回収装置の流れ図である。

【図2】図2Aは比較的高温で沸騰する抽出溶剤を使用する抽出装置の流れ図であり、図2Bは比較的低温で沸騰する抽出溶剤を使用する抽出装置の流れ図である。

【図3】図3は本発明に従って構成された酢酸回収装置の流れ図であり、装置の脱水カラムのオーバーヘッド流からの縮合物を受取り及び処理するように、抽出装置が設けられている。

【図4】図4は図3と同様の本発明の実施態様の流れ図であるが、プラント位置からの比較的希釈された酢酸流が、脱水カラムに供給されるのではなく、抽出装置へと直接供給される。

【図5】図5は本発明のある実施態様に従って使用することのできる低圧吸収ユニットの流れ図である。

【図6】図6は本発明の酢酸回収装置の流れ図であり、図5の低圧吸収装置が、例えば図3に示される基本的装置と組合せて使用されている。

【図7】図7は本発明に従って構成された酢酸回収装置の流れ図であり、図5の低圧吸収装置が図4に示される発明の形式で使用される。

【図8】図8は本発明に従って構成された酢酸回収装置の流れ図であり、更に底部出力流が装置の脱水カラムに供給される高圧吸収装置を含む。

【図9】図9は本発明に従って構成された酢酸回収装置の流れ図であり、高圧吸収装置からの底流が、脱水カラム



15

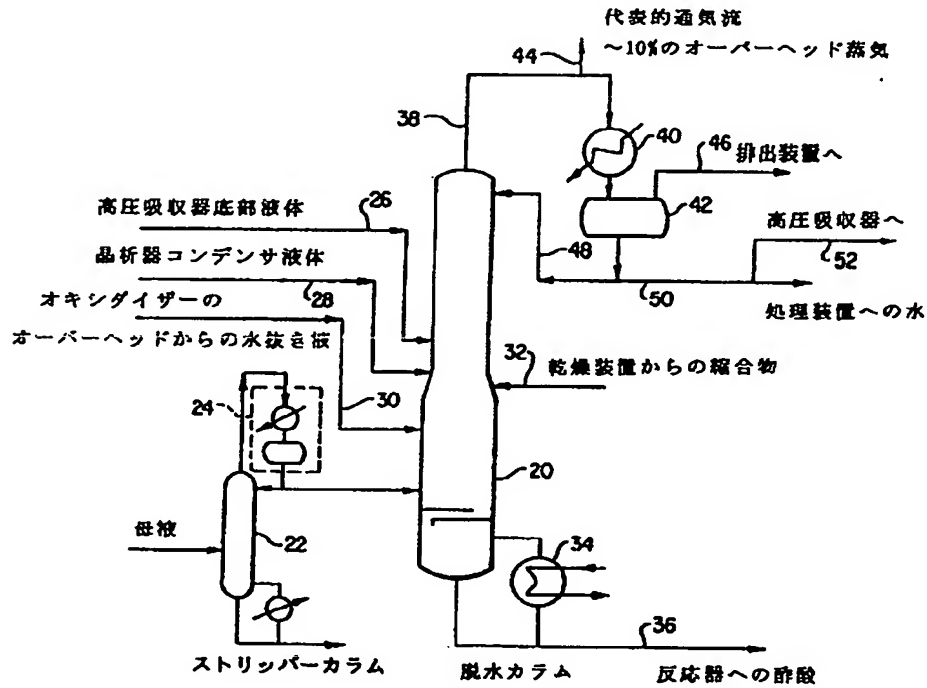
16

ムのオーバーヘッド流からの縮合物を処理するために設けられた抽出装置に供給される。

【図10】図10は本発明に従って構成された酢酸回収\*

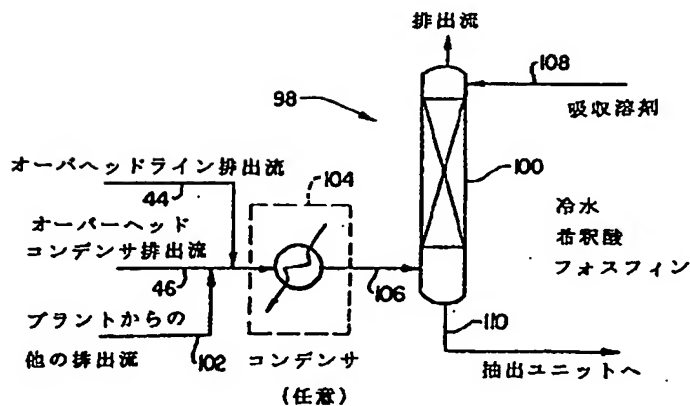
\* 装置の流れ図であり、高圧吸収装置からの底流が、図9のように抽出装置へと供給されるが、脱水カラムオーバーヘッドからの流れの代わりに抽出溶剤が使用される。

【図1】



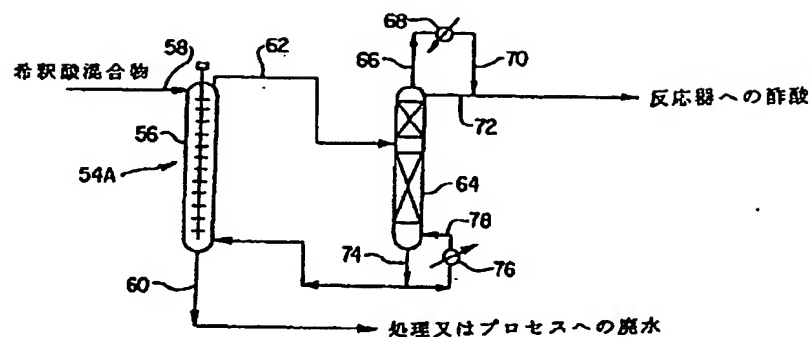
従来技術

【図5】

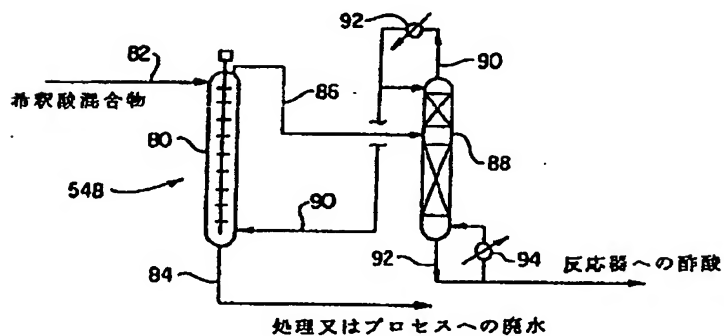


【図 2】

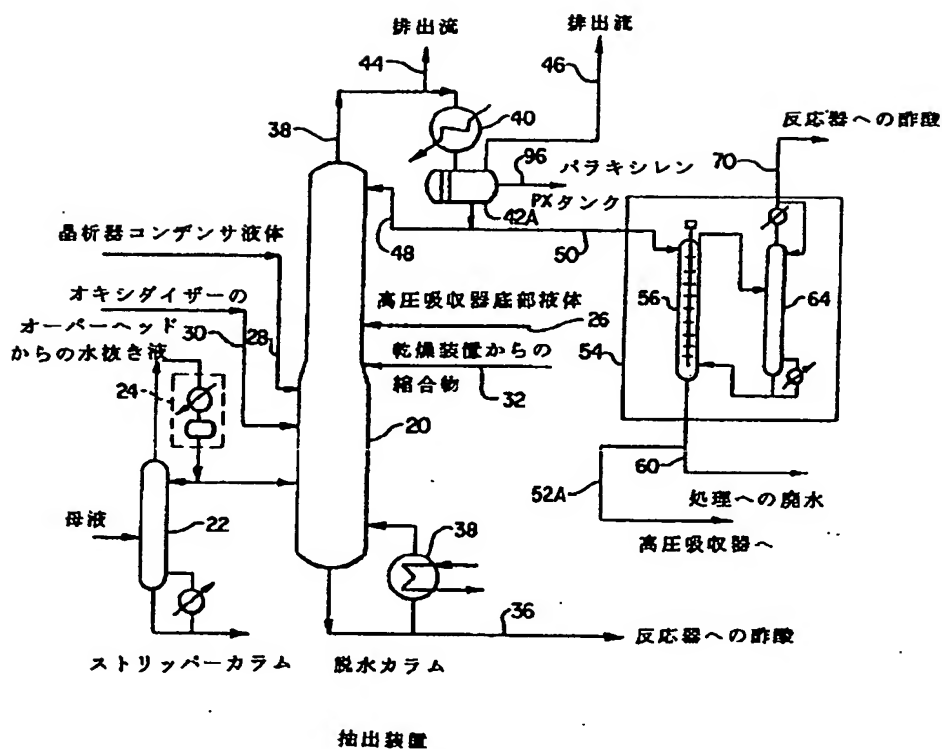
2 A ヘビーボイラー溶剤を使用する抽出装置



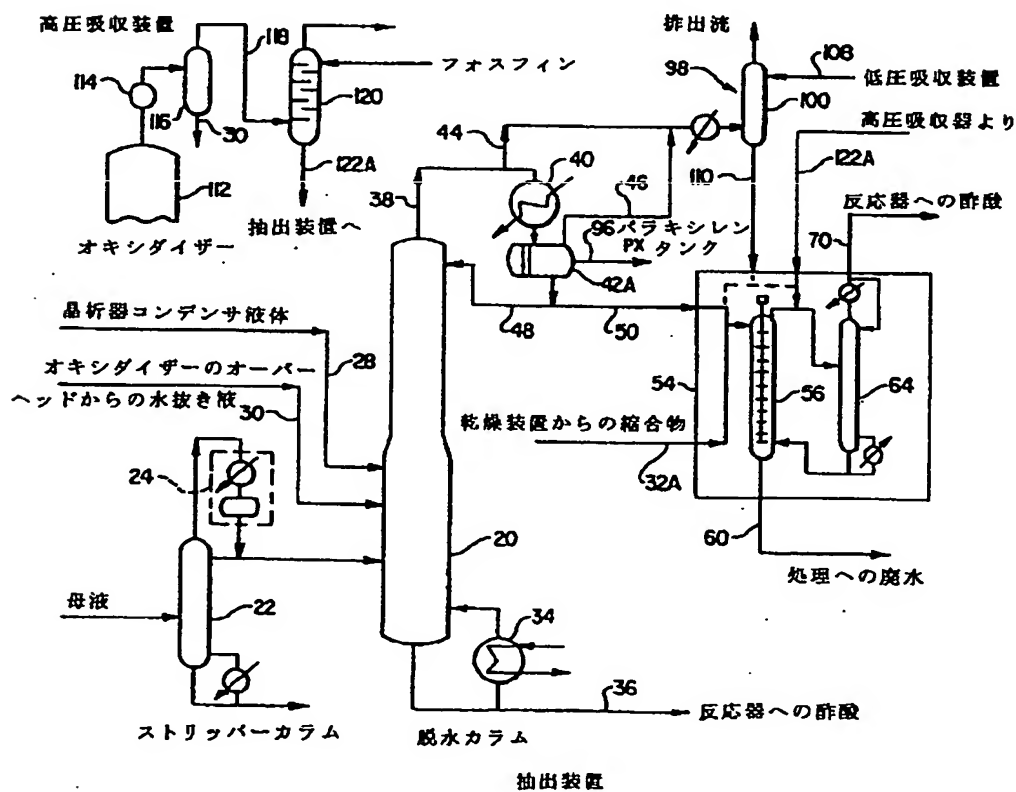
2 B ライトボイラー溶剤を使用する抽出装置



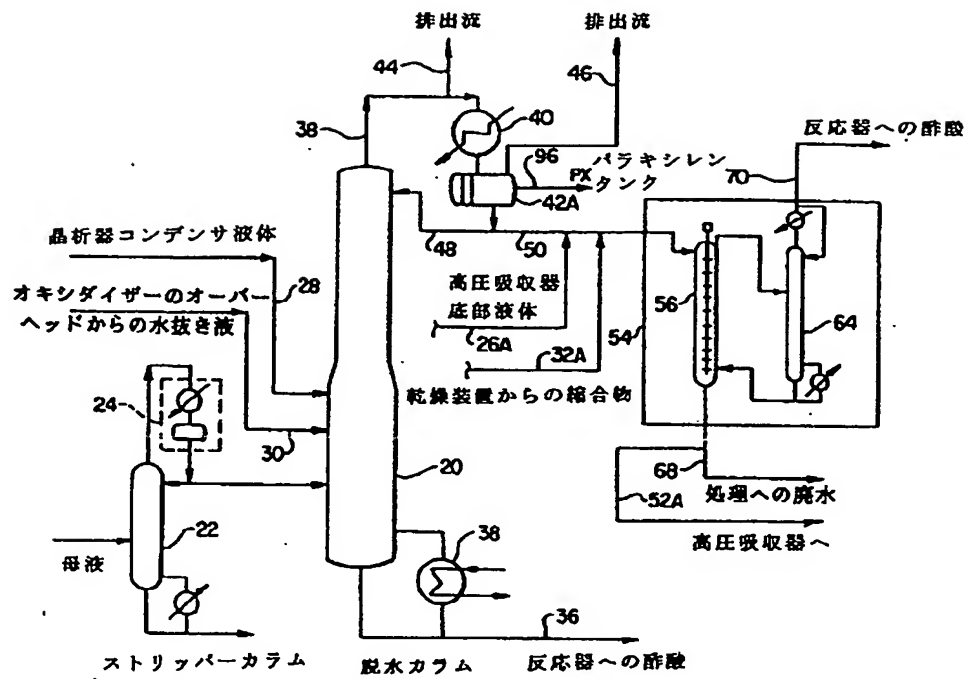
【図3】



【図10】

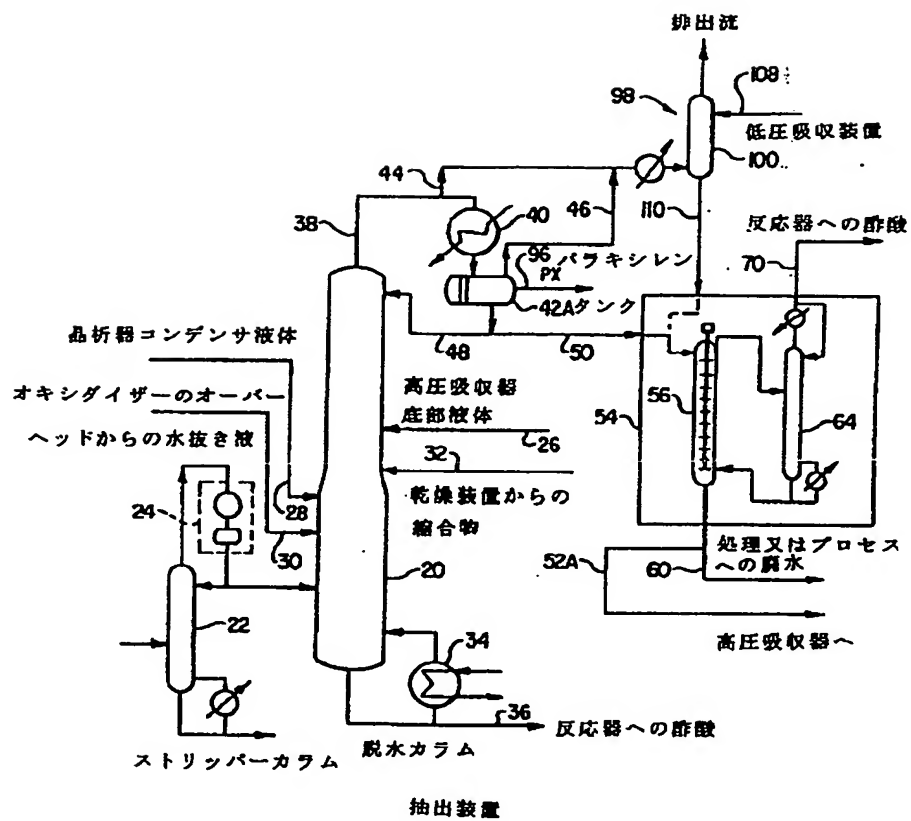


【図4】



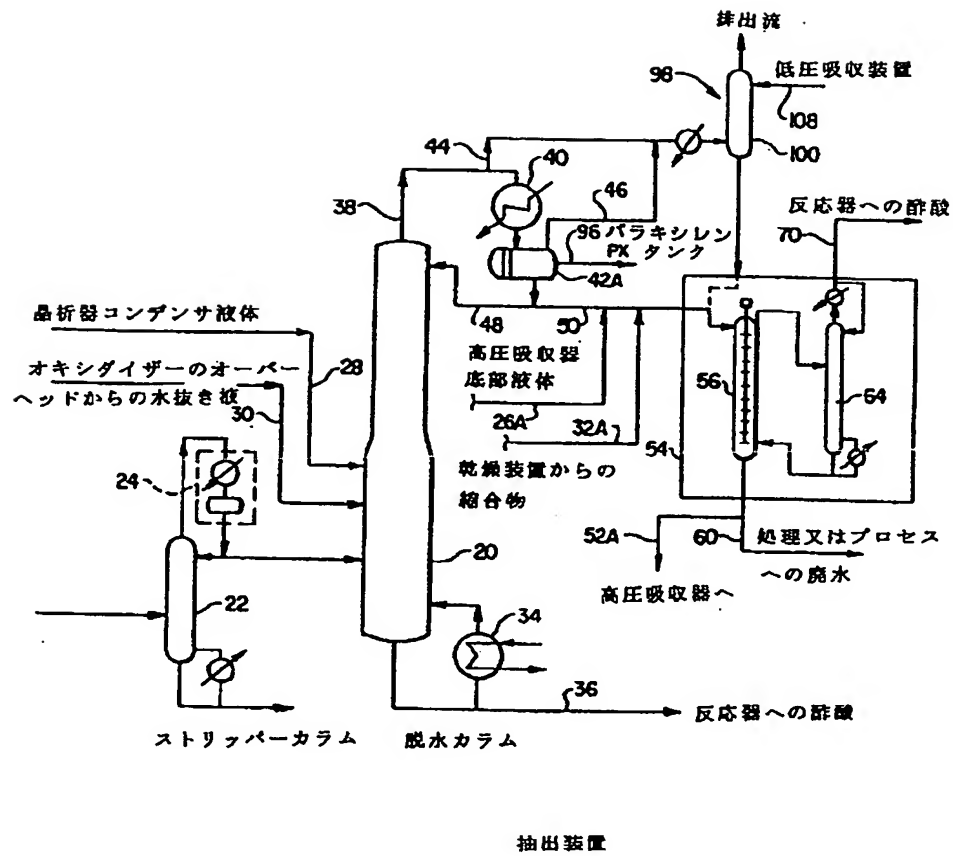
抽出装置

【図6】



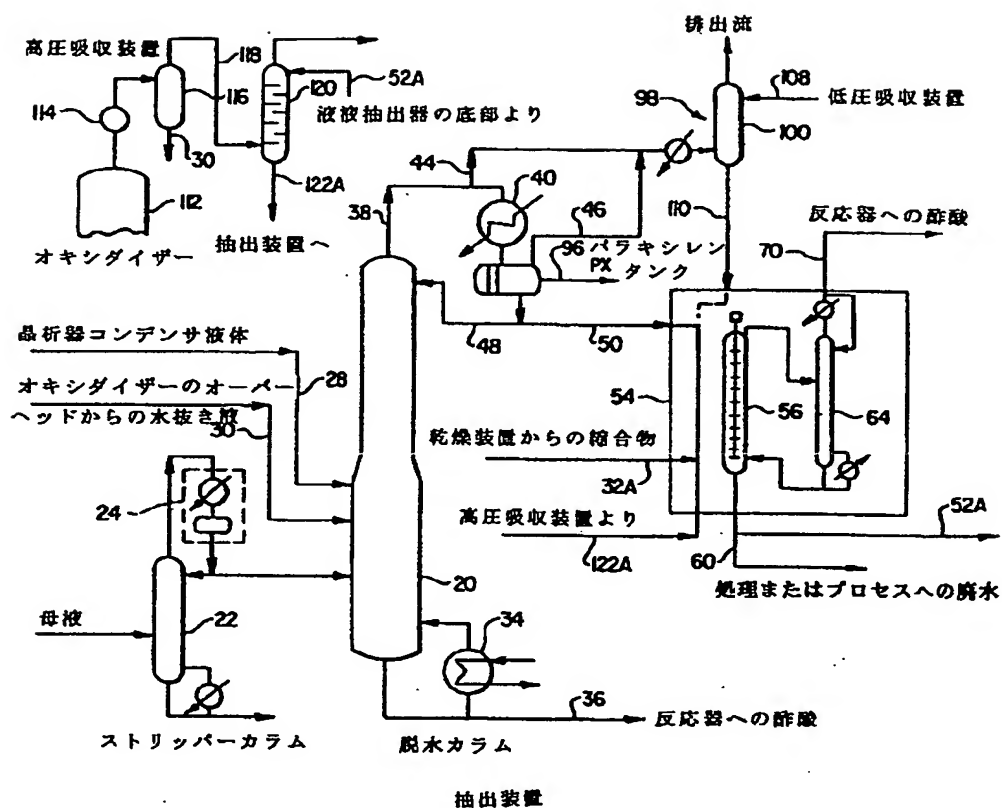


【図7】





【図 9】



フロントページの続き

(72)発明者 ウィストン・ラムシング  
メキシコ国ヴェラクルツ、コソレアカー  
ケ、ラ・ヴェロニカ、コンフンシオン・ハ  
ピタシオン、カーエメ・29・カレテーラ・  
180

(72)発明者 フェルナンド・ヴァレーラ  
メキシコ国ヴェラクルツ、ミナティトラ  
ン、コロニア・ラス・デリシアス、レフォ  
ルマ・ヌメロ・50